

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

011926624

WPI Acc No: 98-343534/199830

Adhesive composition used for optical disc manufacture - comprising mixture of compounds having unsaturated group, organic peroxide, curing accelerator and photopolymerising initiator

Patent Assignee: NIPPON KAYAKU KK (NIPK)

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
-----------	------	------	-------------	------	------	----------	------

JP 10130602	A	19980519	JP 96299299	A	19961024	C09J-011/06	199830 B
-------------	---	----------	-------------	---	----------	-------------	----------

Priority Applications (No Type Date): JP 96299299 A 19961024

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing Notes	Application	Patent
--------	------	-----	----	--------------	-------------	--------

JP 10130602	A		5			
-------------	---	--	---	--	--	--

Abstract (Basic): JP 10130602 A

An adhesive for an optical disc comprises (A) a mixture of compounds having an unsaturated gp., (B) an organic peroxide, (C) a curing accelerator and (D) a photopolymerizing initiator as an optional component. Also claimed are: (1) : the mixture (A) comprises (a) a polyurethane-(meth)acrylate and/or a bisphenol type epoxy(meth)acrylate, (b) a monofunctional (meth)acrylate and (c) a (meth)acrylate other than (a) and (c) as an optional component. (2) : an optical disc having the cured material of the adhesive compsn. as adhesive layer. (3) : the optical disc is DVD (digital video disc) (4) : a method for adhering optical disc substrates each other comprises applying the adhesive composition of the main claim and claim (2) to an optical disc substrate not transmitting energy rays at wave length of 280-380 nm and adhering the face of another disc substrate to the surface coated with the adhesive composition and curing it.

USE - The adhesive is suitably used for manufacturing optical disc especially DVD.

ADVANTAGE - The adhesive for optical disc is cured at room temperature and there is less warping nor deforming of the disc substrate adhered and gives a cured material having excellent adhesion and durability owing to the combination of the protection coating composition and the adhesive for optical disc.

Dwg.0/0

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-130602

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月19日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I
C 0 9 J 11/06		C 0 9 J 11/06
4/02		4/02
163/10		163/10
201/00		201/00
G 1 1 B 7/24	5 4 1	G 1 1 B 7/24 5 4 1 K
審査請求 未請求 請求項の数 5 F D (全 5 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号 特願平8-299299

(22) 出願日 平成8年(1996)10月24日

(71) 出願人 000004086

日本化薬株式会社

東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72) 発明者 徳田 清久

埼玉県浦和市井沼方263

(72) 発明者 吉田 謙司

埼玉県与野市上落合1039

(72) 発明者 石井 一彦

埼玉県川越市伊勢原町4-10-5

(72) 発明者 横島 実

茨城県取手市井野台4-6-32

(72) 発明者 浅見 一司

埼玉県与野市上落合1039

(54) 【発明の名称】 接着剤組成物、硬化物、光ディスク及び接着方法

(57) 【要約】

【課題】 接着性、耐久性に優れた硬化物を与える光ディスク用、特にDVD用に適した接着剤組成物を提供する。

【解決手段】 不飽和基含有化合物の混合物(A)、有機過酸化物(B)、硬化促進剤(C)及び任意成分として光重合開始剤(D)を含有することを特徴とする光ディスク用接着剤組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】不飽和基含有化合物の混合物(A)、有機過酸化物(B)、硬化促進剤(C)及び任意成分として光重合開始剤(D)を含有することを特徴とする光ディスク用接着剤組成物。

【請求項2】請求項1記載の不飽和基含有化合物の混合物(A)が、ポリウレタン(メタ)アクリレート及び／又はビスフェノール型エポキシ(メタ)アクリレート(a)と単官能性(メタ)アクリレート(b)と任意成分として(a)及び(b)成分以外の(メタ)アクリレート化合物(c)とを含有する混合物であることを特徴とする請求項1記載の光ディスク用接着剤組成物。

【請求項3】請求項1及び2記載の光ディスク用接着剤組成物の硬化物を接着層として有する光ディスク。

【請求項4】光ディスクがDVDである請求項3及び4の光ディスク。

【請求項5】請求項1及び2に記載の光ディスク用接着剤組成物を280nm～380nmの波長におけるエネルギー線が透過しない光ディスク基材に塗布後、他の光ディスク基材をこの塗布面に密着させて硬化させることを特徴とする光ディスク基材同志の接着方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、光ディスク用接着剤組成物に関し、特に波長が280nm以上、380nm以下のエネルギー線が透過しない光ディスク基材どうしを接着することができる、エネルギー線が透過する部分は紫外線による硬化が可能な光ディスク用嫌気性接着剤組成物、硬化物、光ディスク及び接着方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、不透明な基材どうしの接着方法は、熱による接着方法が採用されている。熱による接着法には、エポキシ系、メラミン系、ウレタン系及びアクリル系の樹脂と熱硬化剤によるものが多く、ホットメルト系樹脂等も知られている。

【0003】しかしながら、熱による接着方法では基材が熱により反る、あるいは変形するなどの問題があった。またホットメルト系樹脂では、熱安定性や耐候性が悪く高温の環境下で使用することは困難であった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】上記、従来の熱による接着法では、基材の反り、変形を生じ、生産性に問題があり、その解決が望まれている。更に高記録密度化が要求される光ディスク分野における接着においては接着性、ディスクの反り、記録膜の保護及び変形に対して、より特性的に優れた接着剤を使用しなければならないという課題が残っている。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記の課題を解決すべく鋭意検討した結果、不透明な基材でも常

温での硬化ができ、かつ接着性、ディスクの反り、記録膜の腐食の防止性及び変形等に優れた光ディスク用嫌気性接着剤組成物、硬化物、光ディスク及び接着方法を提供することに成功した。すなわち、本発明は、(1)不飽和基含有化合物の混合物(A)、有機過酸化物

(B)、硬化促進剤(C)及び任意成分として光重合開始剤(D)を含有することを特徴とする光ディスク用接着剤組成物、(2)(1)記載の不飽和基含有化合物の混合物(A)がポリウレタン(メタ)アクリレート及び／又はビスフェノール型エポキシ(メタ)アクリレート(a)と単官能性(メタ)アクリレート(b)と任意成分として(a)及び(b)成分以外の(メタ)アクリレート化合物(c)とを含有してなる混合物であることを特徴とする(1)記載の光ディスク用接着剤組成物、

(3)(1)及び(2)記載の光ディスク用接着剤組成物の硬化物を接着層として有する光ディスク、(4)光ディスクがDVDである(3)記載の光ディスク、

(5)(1)及び(2)記載の光ディスク用接着剤組成物を280nm～380nmの波長におけるエネルギー線が透過しない光ディスク基材に塗布後、他の光ディスク基材をこの塗布面に密着させて硬化させることを特徴とする光ディスクの基材同志の接着方法に関する。

【0006】本発明では、不飽和基含有化合物の混合物(A)を使用する。(A)成分の具体例としては、ポリウレタン(メタ)アクリレート及び／又はビスフェノール型エポキシ(メタ)アクリレート(a)と単官能性(メタ)アクリレート(b)と(a)及び(b)成分以外の(メタ)アクリレート化合物(c)とを含有する混合物等を好ましく使用することができる。ポリウレタン(メタ)アクリレートの具体例としては、例えば、ポリオール化合物(イ)と有機ポリイソシアネート(ロ)を反応させ、次いで水酸基含有(メタ)アクリレート

(ハ)を反応させることにより得ることができる。ポリオール化合物(イ)と有機ポリイソシアネート(ロ)との反応は、ポリオール化合物(イ)の水酸基1当量に対して有機ポリイソシアネート(ロ)のイソシアネート基1、1～2.5当量を反応させるのが好まし、特に好ましくは、1.3～2.0当量である。反応温度は、70～100℃が好ましく、反応時間は、5～20時間が好ましい。次にポリオール化合物(イ)と有機ポリイソシアネート(ロ)との反応物(イ)と水酸基含有(メタ)アクリレート(ハ)を反応させる。前記反応物(イ)のイソシアネート基1当量に対して、水酸基含有(メタ)アクリレート(ハ)の水酸基0.95～1.5当量を反応させるのが好ましく、特に好ましくは1.0～1.1当量である。反応温度は、60～100℃が好ましく、反応時間は5～20時間程度である。反応中、重合を防止するために重合禁止剤(例えば、p-メトキシフェノール、メチルヒドロキノン等)や反応を促進するための反応触媒(例えば、ジ-n-ブチルスズ等)を使用す

ることができる。

【0007】ポリオール化合物(イ)としては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、ネオペンチルグリコール、1, 6-ヘキサンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、1, 9-ノナンジオール、2-エチル-2-ブチル-1, 3-アロパンジオール、トリメチロールアロパン、ジエチレングリコール、ジプロピレングリコール、ポリプロピレングリコール、1, 4-ジメチロールシクロヘキサン、ビスフェノールAポリエトキシジオール、ポリテトラメチレングリコール等のポリオール類、前記ポリオール類とコハク酸、マレイン酸、イタコン酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、アジピン酸、ダイマー酸、水添ダイマー酸等の多塩基酸又はこれらの酸無水物類との反応物であるポリエステルポリオール類、前記ポリオール類と ϵ -カプロラクトンとの反応物であるポリカプロラクトンポリオール類、前記ポリオール類と前記多塩基酸又はこれらの酸無水物類と ϵ -カプロラクトンとの反応物、ポリカーボネートポリオール、ポリマーポリオール等を挙げることができる。

【0008】有機ポリイソシアネート(ロ)としては、例えばトリレンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ジフェニルメタン-4, 4'-ジイソシアネート、ジシクロペンタニルジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、2, 4, 4'-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート、2, 2', 4'-トリメチルヘキサメチレンジイソシアネート等を挙げることができる。水酸基含有(メタ)アクリレート(ハ)としては、例えば、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、1, 4-ブタンジオールモノ(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレートと ϵ -カプロラクトンとの反応物、2-ヒドロキシ-3-フェニルオキシプロピル(メタ)アクリレート、シクロヘキサン-1, 4-ジメチロールモノ(メタ)アクリレート、ペンタエリスリトールトリ(メタ)アクリレート、グリセリンジ(メタ)アクリレート等を挙げることができる。

【0009】ビスフェノール型エポキシ(メタ)アクリレートとしては、例えばビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂等のビスフェノール型エポキシ樹脂と(メタ)アクリル酸を反応させることにより得ることができる。ビスフェノール型エポキシ樹脂のエポキシ基1当量に対して、(メタ)アクリル酸0.9~1.5モル反応させるのが好ましく、より好ましくは0.95~1.1モルである。反応温度は80~120℃が好ましく、反応時間は10~35時間程度である。反応を促進させるために、例えば、トリフェニルホスフィン、トリエタノールアミン、テトラエチルアンモニウムクロライド等の触媒を使用するのが好ましい。又、反応中、重合を防止するために重合禁止剤(例え

ば、p-メトキシフェノール、メチルヒドロキノン等)を使用することもできる。

【0010】単官能性(メタ)アクリレート(b)の具体例としては、例えば、2-ヒドロキシエチル(メタ)アクリレート、2-ヒドロキシプロピル(メタ)アクリレート、4-ヒドロキシブチル(メタ)アクリレート、2-エチルヘキシルポリエトキシ(メタ)アクリレート、ベンジル(メタ)アクリレート、フェニルオキシエチル(メタ)アクリレート、フェニルポリエトキシ(メタ)アクリレート、トリシクロデカンモノ(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、ジシクロペンチルオキシエチル(メタ)アクリレート、アクリロイルモルホリン、N-ビニルカプロラクタム、2-ヒドロキシ-3-フェニルオキシプロピル(メタ)アクリレート、o-フェニルフェニルオキシエチル(メタ)アクリレート等を挙げることができる。好ましいものとしては、例えば、ベンジル(メタ)アクリレート、フェニルオキシエチル(メタ)アクリレート、トリシクロデカンモノ(メタ)アクリレート、イソボルニル(メタ)アクリレート、テトラヒドロフルフリル(メタ)アクリレート、アクリロイルモルホリン、2-ヒドロキシ-3-フェニルオキシプロピル(メタ)アクリレート等を挙げることができる。これら単官能性(メタ)アクリレートは1種又は2種以上混合して使用することができる。

【0011】(a)及び(b)成分以外の(メタ)アクリレート化合物(c)の具体例としては、例えば、ネオペンチルグリコールジ(メタ)アクリレート、ネオペンチルグリコールジプロポキシジ(メタ)アクリレート、1, 6-ヘキサンジオールジ(メタ)アクリレート、ノナンジオールジ(メタ)アクリレート、トリシクロデカンジメチロールジ(メタ)アクリレート、トリメチロールプロパントリ(メタ)アクリレート、トリス〔(メタ)アクリロキシエチル〕イソシアヌレート、カプロラクトン変性トリス〔(メタ)アクリロキシエチル〕イソシアヌレート等の多官能性(メタ)アクリレート化合物等を挙げることができる。

【0012】本発明では、有機過酸化物(B)を使用する。(B)成分の具体例としては、例えば、ジアシルパーオキシド類、ジアルキルパーオキシド類、ケトンパーオキシド類、パーオキシエステル類等がある。特に有用な有機過酸化物としては、例えば、クメンヒドロパーオキシド、t-ブチルヒドロパーオキシドのような有機ヒドロパーオキシド類がある。

【0013】次に硬化促進剤(C)の具体例としては、例えば1, 2, 3, 4-テトラヒドロキノリン、ピロリジン、N, N-ジメチル-m-トルイジン、ピペリジン、N, N-ジメチルアニリン、N, N-ジエチル-2, 4-ジメチルアニリン、N, N-ジエチル-2, 5-ジメチルアニリン、N, N-ジメチル-p-トルイジ

ン、N、N-ジメチルアミノ安息香酸エチルエステル、N、N-ジメチルアミノ安息香酸等の第3級アミン類、
 o-ベンゾイックスルフィミド(サッカリン)、コハク酸イミド等のイミド類、メチルヒドラジン、フェニルヒドラジン、1,1-ジメチルヒドラジン、ヒドロキシエチルヒドラジン、1,1-ジフェニルヒドラジン、1-メチル-1-フェニルヒドラジン、カルボジヒドラジン、アジピン酸ヒドラジン、セバシン酸ジヒドラジド、イソフタル酸ジヒドラジド、ベンゾフェノンヒドラジン、1-(2-カルボキシアクリロイル)-2-フェニルヒドラジン等の有機ヒドラジン類、(メタ)アクリル酸、無水コハク酸、無水マレイン酸、無水フタル酸、テトラヒドロ無水フタル酸、無水トリメット酸、ヘキサヒドロ無水フタル酸、スチレン-無水マレイン酸の共重合物等の有機カルボン酸あるいは無水物類、ナフテン酸銅、ナフテン酸コバルト等の金属石ケン類、金属タンパク質類、ジシクロペンタジエニル鉄、ジシクロペンタジエニルニッケル等の金属錯体類、n-ドデシルメルカプタン等のメルカプタン類、フェニルイソシアネート、メチルイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、2-イソシアネートエチルメタクリレート等の有機イソシアネート類等を挙げることができる。これら硬化促進剤は1種又は2種以上を混合して使用することかできる。

【0014】光重合開始剤(D)の具体例としては、例えば、2-ヒドロキシ-2-メチル-フェニルプロパン-1-オン、ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン、メチルフェニルグリオキシレート、ベンジルジメチルケタール、ミヒラーズケトン、2-ベンジル-2-ジメチルアミノ-1-(4-モルホリノフェニル)-ブタノン-1,2,4-ジエチルチオキサントン、2,4,6-トリメチルベンゾイルジフェニルホスフィンオキサイド、ビス(2,6-ジメトキシベンゾイル)-2,4,4-トリメチルペンチルホスフィンオキサイド等を挙げることができる。

【0015】本発明の組成物を構成する(A)~(D)成分の使用割合としては、(A)成分の使用量は、好ましくは、80~99.9重量%、より好ましくは85~99.7重量%である。(B)成分の使用量は、好ましくは、0.01~10重量%より好ましくは0.1~5重量%である。(C)成分の使用量は、0.001~5重量%、より好ましくは0.005~5重量%である。

(D)成分の使用量は、好ましくは0~15重量%、より好ましくは0~10重量%である。(A)成分を構成する(a)~(c)成分の使用割合としては、(A)成分の量を100部とした場合に、(a)成分は、好ましくは10~80部、より好ましくは20~70部であり、(b)成分は、好ましくは20~90部、より好ましくは、30~80部であり、(c)成分は、好ましくは0~50部、より好ましくは0~40部である。

【0016】本発明の接着剤組成物は、更に必要に応じて、有機イソシアネート化合物、シランカップリング剤、重合禁止剤、(2,5-ジフェニル-p-ベンゾキノンのベンゾキノノ類)レベリング剤、消泡剤、光安定剤、酸化防止剤、無機充填剤等を併用することもできる。

【0017】本発明の接着剤組成物は、上記の各成分を溶解、混合し、又は分散等を行なうことにより調製することができる。

【0018】本発明の接着剤組成物の硬化物は、常温で放置することにより0.5~24時間の間の硬化し得ることができる。又、紫外線等のエネルギー線が透過する部分がある場合には、その部分に紫外線等のエネルギー線を照射することにより硬化物を得ることもできる。

【0019】本発明の接着剤組成物は、波長が280~350nmにおける光の透過性が0%である不透明な光ディスク基材どうしの接着剤として有用である。具体的な光ディスク基材としては、例えば、ポリカーボネート樹脂やアモルファスポリオレフィン系樹脂等からなる光ディスク基板であって、これに記録膜として無機スパッタ膜、特に金属スパッタ膜を形成された基材、さらに、その無機スパッタ膜、特に金属スパッタ膜上に紫外線硬化型保護膜が形成された基材等が挙げられる。

【0020】本発明の接着剤組成物は、不透明な光ディスク基材上に、ロールコーター、スピンコーター、スクリーン印刷機等の塗工装置を用いて膜厚1~100μm、より好ましくは5~50μmとなるように塗布し基材どうしを接着させ、常温(約25℃)で0.5~24時間放置(必要に応じて紫外線を照射することもできる。)することにより硬化物を得ることができる。

【0021】本発明の光ディスクとしては、例えばCD(コンパクトディスク)、LD(レーザーディスク)、MO(光磁気ディスク)DVD(デジタルバーサイタイル又はビデオディスク)等が挙げられる。これらのうち、両面式又は片面二層式のDVDは不透明基材どうしを接着する必要がある、本発明の接着剤組成物の性能を十分に利用する点で好ましい。

【0022】

【実施例】以下、本発明を実施例により更に具体的に説明する。

実施例1~3

表1の配合組成にしたがって本発明の接着剤組成物を調製し(表1において、数値は重量部である。)得られた各組成物を用いて光ディスク基材(アルミ蒸着されたポリカーボネート基材で波長280~380nmで透過率が0%のもの)に塗布し、次いで塗布面に他の光ディスク基材を膜厚が約10μmになるように接着し、25℃で24時間放置し硬化した試験片を得た。その後、接着した基材を剥離し、その表面の状態を観察した。観察した結果を硬化性として表1に示した。

○・・・タックが認められない

△・・・少しタックが認められる

×・・・全く硬化していない

前記で得た試験片を用いてピール試験を行ないピール値(g/cm)を測定し、結果を表1に示した。(数値が大きいほど接着性に優れている。)前記で得た試験片を用いて、80℃、85%RHの条件下に100Hr、放

置後、試験片を観察した結果を耐久性として表1に示した。

○・・・ピンホール、反り等の異常はみられない

×・・・ピンホール、反り等の異常がみられる。

【0023】

【表1】

表1

	実施例		
	1	2	3
KAYARAD VX4101 *1	10	10	30
KAYARAD VX-6101 *2		10	20
KAYARAD R-114 *3	40	25	
テトラヒドロフルフリルメタクリレート	50	40	30
フェニルオキシエチルメタクリレート		15	20
o-ベンゾイックスルフィミド	3	3	3
クメンハイドロパーオキシド	1	1	1
アジピン酸ジヒドラジド	0.5	0.5	0.5
2-イソシアネートエチルメタクリレート	0.5	0.5	0.5
(重合禁止剤)	0.02	0.02	0.02
硬化性	○	○	○
ピール値(g/cm)	35	30	40
耐久性	○	○	○

【0024】注) *1 KAYARAD VX-4101: 日本化薬(株)製、ポリカプロラクトンポリウレタンアクリレート。

*2 KAYARAD VX-6101: 日本化薬株(株)製、ポリエーテルポリウレタンアクリレート。

*3 KAYARAD R-114: 日本化薬(株)製、ビスフェノールA型エポキシアクリレート。

【0025】表1から明らかなように、本発明の接着剤組成物は、常温で硬化し、接着性、耐久性に優れている。

【0026】

【発明の効果】本発明の光ディスク用接着剤組成物は、常温で硬化し、接着性、耐久性に優れた硬化物を与える。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁶

G11B 7/26

識別記号

531

FI

G11B 7/26

531